

明 細 書

シリコンウェーハの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、ウェーハ両面が高精度の平坦度及び小さい表面粗さを有しあつウェーハの表裏面を目視により識別可能な片面鏡面ウェーハであって、ステッパチャック等に保持した際の平坦度に優れたシリコンウェーハの製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 一般に半導体シリコンウェーハの製造工程は、引上げたシリコン単結晶インゴットから切出し、スライスして得られたウェーハを、面取り、機械研磨(ラッピング)、エッチング、鏡面研磨(ポリッシング)及び洗浄する工程から構成され、高精度の平坦度を有するウェーハとして生産される。

ブロック切断、外径研削、スライシング、ラッピング等の機械加工プロセスを経たシリコンウェーハは表面にダメージ層即ち加工変質層を有している。加工変質層はデバイス製造プロセスにおいてスリップ転位等の結晶欠陥を誘発したり、ウェーハの機械的強度を低下させ、また電気的特性に悪影響を及ぼすので完全に除去しなければならない。

[0003] この加工変質層を除去くため、エッチング処理が行われる。エッチング処理には、酸エッチング液を用いる酸エッチングと、アルカリエッチング液を用いるアルカリエッチングとがある。

しかし、酸エッチングを行うことにより、ラッピングで得られた平坦度が損なわれ、エッチング表面にmmオーダーのうねりやピールと呼ばれる凹凸が発生する。また、アルカリエッチングを行うことにより、局所的な深さが数 μm で、大きさが数一数十 μm 程度のピット(以下、これをファセットという。)が発生する等の問題点があった。

[0004] 上記問題点を解決する方法として、図7に示すように、単結晶インゴットをスライス1して得た半導体ウェーハを、少なくとも面取り2、ラッピング3、エッチング4、5、鏡面研磨6及び洗浄する工程からなる半導体ウェーハの加工方法において、エッチング工程をアルカリエッチング4の後、酸エッチング5を行うものとし、その際、アルカリエッチ

ング4のエッチング代を、酸エッチング5のエッチング代よりも大きくするウェーハの加工方法及びこの方法により加工されたウェーハが提案されている(例えば、特許文献1参照。)。

上記特許文献1に示される方法により、ラッピング後の平坦度を維持することができ、エッチング後のウェーハ表面のうねりを減少させ、局所的な深いピットの発生や表面粗さの悪化を抑えるとともに、パーティクルやステイン等の汚染が発生しにくいエッチング表面を持つ化学エッチングウェーハを作製することが可能となる。このようなウェーハは鏡面研磨での取り代を減少でき、その平坦度も向上する。

特許文献1:特開平11-233485号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、上記特許文献1に示されたウェーハの表面に鏡面研磨6を施したウェーハ(以下、PW;Polished Waferという。)では、デバイスマーカーの所望するような良好な平坦度を有し、かつPWの裏面粗さが小さいウェーハを得られることができない問題があった。

[0006] 一方、デバイスマーカーではデバイスの高集積化に伴い、リソグラフィー工程でデバイスを作り込む際に、ステッパ(露光装置)内にウェーハを保持した状態におけるウェーハ平坦度(以下、チャック時の平坦度という。)を考慮する必要性が増している。ステッパ内ではウェーハを保持するためにステッパチャックにウェーハを吸着させていため、このステッパチャックのウェーハ吸着位置や保持構造、その形状などがチャック時の平坦度に対して影響を与えていた。またウェーハではウェーハ表面を鏡面研磨する前のウェーハ外周形状やウェーハの裏面粗さがチャック時の平坦度に影響を与えていた。

[0007] 例えば、図8(a)及び図8(b)に示すように、加工変質層を有するウェーハ7からこの加工変質層をエッチング工程により除去する際に、ウェーハ中央部に比べてエッジ部の厚さが薄くなってしまう場合、続く両面同時研磨工程では図8(c)に示すように、両面研磨装置の上定盤の加工圧によってウェーハ表面の形状がウェーハ裏面の形状に倣うように研磨されてしまうため、両面研磨後のウェーハには反りが形成されたよ

うになってしまふ。図8(d)に示すように、このウェーハ7をステッパチャック8に保持すると、エッジ部近傍では平坦を維持することができず、ウェーハ中央部に比べて反りあがった状態となる。このようにウェーハ中心部とエッジ部とで平坦度が異なると、エッジ部及びその近傍はデバイス作製領域として利用することができないため、歩留まりが低下してしまう不具合があつた。

また図9(a)及び図9(b)に示すように、加工変質層を有するウェーハ7からこの加工変質層をエッティング工程により除去する際に、ウェーハ中央部に比べてエッジ部の厚さが厚くなってしまう場合、続く両面同時研磨工程では図9(c)に示すように、両面研磨装置の上定盤の加工圧によってウェーハ表面の形状がウェーハ裏面の形状に倣うように研磨されてしまうため、両面研磨後のウェーハには反りが形成されたようになつてしまふ。図9(d)に示すように、このウェーハ7をステッパチャック8に保持すると、エッジ部近傍では平坦を維持することができず、ウェーハ中央部とエッジ部とで平坦度が異なつてしまふ、エッジ部及びその近傍はデバイス作製領域として利用することができない不具合が生じていた。

[0008] 本発明の目的は、ウェーハ両面が高精度の平坦度及び小さい表面粗さを有しかつウェーハの表裏面を目視により識別可能な片面鏡面ウェーハであつて、ステッパチャック等に保持した状態におけるウェーハ平坦度に優れたシリコンウェーハの製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0009] 請求項1に係る発明は、図1に示すように、複数のエッティング槽に酸エッティング液とアルカリエッティング液をそれぞれ貯え、ラッピング工程を経て加工変質層を有するシリコンウェーハを酸エッティング液とアルカリエッティング液とに順次浸漬して加工変質層を除去するエッティング工程14と、エッティング工程の後に、ウェーハの表裏面を同時に研磨する両面同時研磨工程16とを含むシリコンウェーハの製造方法の改良である。

[0010] その特徴ある構成は、エッティング工程14のアルカリエッティング液に40~60重量%水酸化ナトリウム水溶液を用い、両面同時研磨工程16でウェーハの表面における研磨代Aを5~10 μ mとし、裏面における研磨代Bを2~6 μ mとし、研磨代Aと研磨代Bとの差(A-B)を3~4 μ mとするところにある。

請求項1に係る製造方法では、水酸化ナトリウム水溶液を用いたエッチング工程14により、研磨前材料の粗さとテクスチャーサイズの制御及び外周形状コントロールを行うことができ、両面同時研磨工程16で表裏面における取り代をそれぞれ規定することにより、ウェーハ両面を高精度の平坦度にすことができ、かつ裏面粗さを低減することができる。またウェーハの表裏面を目視により識別可能な片面鏡面ウェーハを得ることができる。更に、ステッパチャック等に保持した状態におけるウェーハ平坦度に優れたウェーハが得られる。

[0011] 請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、エッチング工程14が酸エッチングの後にアルカリエッチングが行われる製造方法である。

請求項2に係る製造方法では、この順にそれぞれエッチングされたウェーハの表面は、形状の大きいファセットが少なくかつ深いピットの発生も抑制される。

[0012] 請求項3に係る発明は、請求項1又は2に係る発明であって、酸エッチング槽の数を1～3槽とし、アルカリエッチング槽の数を1～3槽とする製造方法である。

請求項4に係る発明は、請求項1ないし3いずれか1項に係る発明であって、酸エッチング液がフッ酸、硝酸、酢酸及び水をそれぞれ含む製造方法である。

請求項4に係る製造方法では、上記酸エッチング液を用いることにより、ラッピング後の平坦度を維持するとともに、表面粗さを低減することができる。

[0013] 請求項5に係る発明は、請求項4に係る発明であって、シリコンウェーハの抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 未満であるとき、フッ酸、硝酸、酢酸及び水の混合割合が重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水=1:1～5:3～8:3～7である製造方法である。

請求項6に係る発明は、請求項4に係る発明であって、シリコンウェーハの抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上であるとき、フッ酸、硝酸、酢酸及び水の混合割合が重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水=1:5～9:1～6:1～5である製造方法である。

発明の効果

[0014] 以上述べたように、本発明のシリコンウェーハの製造方法は、複数のエッチング槽に酸エッチング液とアルカリエッチング液をそれぞれ貯え、ラッピング工程を経て加工変質層を有するシリコンウェーハを酸エッチング液とアルカリエッチング液とに順次浸漬して加工変質層を除去するエッチング工程と、エッチング工程の後に、ウェーハの

表裏面を同時に研磨する両面同時研磨工程とを含むシリコンウェーハの製造方法の改良であり、エッチング工程14のアルカリエッチング液に40～60重量%水酸化ナトリウム水溶液を用い、両面同時研磨工程16でウェーハの表面における研磨代Aを5～10 μ mとし、裏面における研磨代Bを2～6 μ mとし、研磨代Aと研磨代Bとの差(A-B)を3～4 μ mとすることを特徴とする。

アルカリエッチング液に水酸化ナトリウム水溶液を用いることにより、研磨前材料の粗さとテクスチャーサイズの制御及び外周形状コントロールを行うことができ、両面同時研磨工程で表裏面における取り代をそれぞれ規定することにより、ウェーハ両面を高精度の平坦度にすことができ、かつ裏面粗さを低減することができる。またウェーハの表裏面を目視により識別可能な片面鏡面ウェーハを得ることができる。更に、ステッパチャック等に保持した状態におけるウェーハ平坦度に優れたウェーハが得られる。

発明を実施するための最良の形態

[0015] 次に本発明を実施するための最良の形態を図面に基づいて説明する。

先ず、育成されたシリコン単結晶インゴットは、先端部及び終端部を切断してプロック状とし、インゴットの直径を均一にするためにインゴットの外径を研削してブロック体とする。特定の結晶方位を示すために、このブロック体にオリエンテーションフラットやオリエンテーションノッチを施す。このプロセスの後、図1に示すように、ブロック体は棒軸方向に対して所定角度をもってスライスされる(工程11)。工程11でスライスされたウェーハは、ウェーハの周辺部の欠けやチップを防止するためにウェーハ周辺に面取り加工する(工程12)。この面取りを施すことにより、例えれば面取りされていないシリコンウェーハ表面上にエピタキシャル成長するときに周辺部に異常成長が起こり環状に盛り上がるクラウン現象を抑制することができる。続いて、スライス等の工程で生じたウェーハ表面の凹凸層を機械研磨(ラッピング)してウェーハ表面の平坦度とウェーハの平行度を高める(工程13)。ラッピング工程13を施したウェーハは洗浄工程で洗浄されて次工程へと送られる。

[0016] 次いで、面取り工程12やラッピング工程13により導入された機械的なウェーハ表面の加工変質層をエッチングによって完全に除去する(工程14)。

本発明のエッチング工程14では、複数のエッチング槽に酸エッチング液とアルカリエッチング液をそれぞれ貯え、シリコンウェーハを酸エッチング液とアルカリエッチング液とに順次浸漬する。本発明ではエッチング工程14は酸エッチング14aの後にアルカリエッチング14bが行われる。この順にそれぞれエッチングされたウェーハの表面は、形状の大きいファセットが少なくかつ深いピットの発生も抑制される。

[0017] 酸エッチング14aに用いられる酸エッチング液はフッ酸、硝酸、酢酸及び水をそれぞれ含有する。このような酸エッチング液を用いることにより、ラッピング後の平坦度を維持するとともに、表面粗さを低減することができる。シリコンウェーハの抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 未満の低抵抗品であるとき、フッ酸、硝酸、酢酸及び水の混合割合は重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水=1:1~5:3~8:3~7となるように調製する。また、シリコンウェーハの抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の通常抵抗品であるとき、フッ酸、硝酸、酢酸及び水の混合割合は重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水=1:5~9:1~6:1~5となるように調製する。酸エッチング液を上記混合割合に規定したのは、ウェーハの抵抗値によってエッチング速度が変動するためである。ウェーハの抵抗値が低抵抗になるほど酸エッチング液によるエッチング速度が大きくなる傾向がある。具体的には、抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 未満の低抵抗ウェーハに酸エッチングを施す際に、酸エッチング液を通常抵抗品に用いる酸エッチング液と同程度の混合割合にすると、エッチング後のウェーハ外周部がたれてしまい平坦度が低下する不具合がある。そのため抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 未満の低抵抗ウェーハに対しては、抵抗値が $1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の通常抵抗ウェーハに対応する酸エッチング液の混合割合に比べて、硝酸割合を低下させるとともに、酢酸及び水の割合を増加させ、酸エッチング液によるエッチング速度を適度の速度に制御している。ウェーハの抵抗値が $0.01\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であるときの酸エッチング液の好ましい混合割合は重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水=1:1~3:5~7:4~6である。また、ウェーハの抵抗値が $0.1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上であるときの酸エッチング液の好ましい混合割合は重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水=1:6~8:4~6:2~4である。アルカリエッチング14bに用いられるアルカリエッチング液は40~60重量%水酸化ナトリウム水溶液を用いる。このアルカリエッチング液を用いることにより、研磨前材料の粗さとテクスチャーサイズの制御及び外周形状コントロールを行うことができる。水酸化ナトリウム水溶

液の濃度は好ましくは50～55重量%、特に好ましくは51重量%である。

[0018] このエッティング工程14では、酸エッティング槽の数を1～3槽とし、アルカリエッティング槽の数を1～3槽とすることが好ましい。エッティング工程14における酸エッティング14aの合計取り代をシリコンウェーハの表面と裏面を合わせた合計で5～10 μ mとし、アルカリエッティング14bの合計取り代をシリコンウェーハの表面と裏面を合わせた合計で10～15 μ mとする。酸エッティング14aでの合計取り代は5～7 μ mが、アルカリエッティング14bでの合計取り代は13～15 μ mがそれぞれ好ましい。酸エッティング14aでの合計取り代が5 μ m未満であると、後に続くアルカリエッティング14bにて形成されるピットの深さが小さくならないために研磨取り代が大きくなってしまい平坦度を悪化させ易い不具合を生じ、10 μ mを越えるとうねり(ナノポグラフィー)が発生し、デバイス作製時に不具合を生じる。アルカリエッティング14bでの合計取り代が13 μ m未満であると、酸エッティング14aの取り代が大きくなり、うねりの問題が発生し、15 μ mを越えるとピットの深さが大きくなってしまう不具合を生じる。

[0019] また、各エッティング工程の間にはリノス工程を行う必要がある。例えば酸エッティング工程14aとアルカリエッティング14bとの間には、純水リノスを施す洗浄工程が設けられる。リノス洗浄工程を間に入れることにより、ウェーハに付着した酸やアルカリが洗い落とされるため次に続く工程において、前工程のエッティング槽からの薬液の持込みを防ぐことができ、薬液組成の変動を最小限に抑制することができる。具体的には、図3に示すように、先ず、酸エッティング液23が貯えられたエッティング槽24にウェーハ21を一定時間浸漬した後に、エッティング槽24からウェーハ21を引上げ、次いで純水26が貯えられた水槽27にウェーハ21を浸漬してウェーハに付着した酸を洗い落とす。次に、アルカリエッティング液28が貯えられたエッティング槽29にウェーハ21を一定時間浸漬した後に、エッティング槽29からウェーハ21を引上げ、続いて純水31が貯えられた水槽32にウェーハ21を浸漬してウェーハに付着した酸を洗い落とす。

このようなエッティング工程14を終えたウェーハは洗浄工程で表面に付着した薬液が洗い流されて次工程へと送られる。図2(a)及び図2(b)に示すように、加工変質層を有するウェーハ21に本発明のエッティング工程14を施すことにより、研磨前のウェーハの粗さとテクスチャーサイズの制御及びウェーハ外周部の形状を制御することができ

きる。ウェーハ外周部の形状を制御することで、後工程のデバイス工程でのウェーハ外周部におけるステッパにチャックした状態におけるウェーハ平坦度を制御することができる。

[0020] 次に、図1に戻って、エッチング工程14を終えたウェーハの表裏面を同時に研磨する両面同時研磨を施す(工程16)。

図4に一般的な両面同時研磨装置40を一部破断して示す。両面同時研磨装置40は、下側の筐体41内の上部に配置された下定盤42と、アーム43に吊り下げられた上定盤44とを有している。下定盤42は図示しないキャリヤを搭載して回転する円盤状体である。両面同時研磨を行うウェーハを図示しないキャリヤに保持させることにより、下定盤42は回転してそのウェーハの下面を両面同時研磨するように構成される。この下定盤42は、上部にサンギヤ48を有する駆動軸48aの外側に、上下一対のベアリング49を介して回転自在に取り付けられる。そして、下定盤42の外側には、インターナルギヤ51が、上下一対のベアリング52を介して回転自在に取り付けられている。

[0021] 下定盤42及びインターナルギヤ51は、それらの下部にそれぞれ設けたギヤ42a及び51aを介して、図示しないモータに接続される。駆動軸48aの上端には、上定盤44を回転駆動するためのドライバ48bが回転自在に設けられており、このドライバ48bは、駆動軸48aの中空内部を同軸状に貫通して伸び、かつ回転自在に支持された内側駆動軸(図示せず)の上端に連結される。この内側駆動軸と駆動軸48aとは、遊星歯車機構(図示せず)等により作動連結されており、ドライバ48bは、駆動軸48aの回転に伴い、遊星歯車機構等を介してサンギヤ48と逆方向に回転するようになっている。

[0022] 上定盤44は、その中央部分にドライバ48bが挿通可能な中心孔44aが形成され、図示しないキャリヤにより保持されたウェーハを上から押圧しながら回転してそのウェーハの上面をラッピングする円盤状体である。この上定盤44は上定盤吊り53によって支持される。具体的には、上定盤44を支持した上定盤吊り53の上面に、ベアリング54が固着され、このベアリング54に、シリンダ56のロッド56aが挿入される。そして、シリンダ56が、筐体41に立てられたポール57のアーム43によって支持される。こ

のようにして、上定盤44は上定盤吊り53及びペアリング54を介してシリンド56のロッド56aに回転自在に支持される。

[0023] 図5及び図6に示すように、両面同時研磨装置40には、周囲に外歯58aが形成され、内部にウェーハが嵌挿される加工孔58bが形成されたキャリア58が下定盤42と上定盤44との間に取り付けられ、外歯58aが両面同時研磨装置40のインターナルギア51及びサンギア48とにそれぞれ噛合し、下定盤42と上定盤44との間に挟まれて自転しつつ公転するように設けられる。

[0024] そして加工孔58bの間にウェーハを嵌挿し、キャリア58の加工孔58bにウェーハ21を保持させた状態でキャリア58を回転させ、上定盤44と下定盤42により挟まれたウェーハ21の上下両面を両面同時研磨する。このときの両面同時研磨工程16におけるウェーハ21の表面における研磨代Aが5～10 μ m、裏面における研磨代Bが2～6 μ m、研磨代Aと研磨代Bとの差(A-B)が3～4 μ mとなるように制御しながら行う。研磨代Aを5～10 μ mに規定したのは、研磨代Aが5 μ m未満であると、製造工程を終えて得られたウェーハ表面が完全な鏡面とはならず、ウェーハ表面にピットが残ってしまう可能性が生じるためであり、研磨代Aが10 μ mを越えると、ウェーハ外周部にダレが発生し平坦度を劣化させるためである。研磨代Bを2～6 μ mに規定したのは、研磨代Bが2 μ m未満であると、裏面粗さの低減が十分ではなくステップチャック上におけるウェーハ平坦度が劣化してしまう、即ち研磨代Bが上記数値未満の軽度の研磨では粗さの低減が不十分であり、研磨代Bが6 μ mを越えると、ウェーハ裏面が鏡面化されてしまい、表裏面の識別がつかなくなるためである。また、また研磨代Bが大きいと平坦度を劣化させる傾向にある。好ましくはウェーハ21の表面における研磨代Aが7～8 μ m、裏面における研磨代Bが3～4 μ m、研磨代Aと研磨代Bとの差(A-B)が4 μ mとなるように制御する。上記制御を行うことにより、ウェーハ表裏面が識別可能な片面鏡面ウェーハを作製することができ、またウェーハ裏面粗さを最適化することができる。

[0025] 表面及び裏面における研磨取り代を上記範囲にそれぞれ制御するために、例えば、ウェーハに供給する研磨剤の流量を1～20L/分、好ましくは2L/分とし、上定盤44の荷重を50～500g/cm²、好ましくは200g/cm²とし、上定盤回転数と下定盤

回転数の比を上定盤:下定盤=1:2~20、好ましくは1:5にする。

[0026] 両面研磨装置の上定盤の加工圧によってウェーハ表面の形状はウェーハ裏面の形状に倣うように研磨されてしまうが、本発明のエッチング工程14によって研磨前のウェーハの粗さとテクスチャーサイズの制御及びウェーハ外周部の形状を制御しているため、図2(c)に示すように、両面同時研磨工程16後のウェーハ21には反りが形成されない。またエッチングを経たウェーハ21に本発明の両面同時研磨工程16を施すことにより、ウェーハ裏面粗さを低減することができ、かつウェーハの表裏面を目視により識別可能な片面鏡面ウェーハとすることができます。

[0027] その結果、図2(d)に示すように、このウェーハ21をステッパチャック22に保持してもウェーハ中心部とエッジ部とで平坦度を維持することができるため、エッジ部及びその近傍についてもデバイス作製領域として利用することができ、歩留まりが向上する。

産業上の利用可能性

[0028] 本発明のシリコンウェーハの製造方法は、ウェーハ両面が高精度の平坦度及び小さい表面粗さを有しあつウェーハの表裏面を目視により識別可能な片面鏡面ウェーハであって、ステッパチャック等に保持した状態におけるウェーハ平坦度に優れたシリコンウェーハを提供することができる。

図面の簡単な説明

[0029] [図1]本発明のシリコンウェーハの製造方法を示す工程図である。

[図2]本発明のシリコンウェーハの製造方法を経たウェーハをステッパチャックに保持したときのウェーハ断面図である。

[図3]本発明のエッチング工程の具体例を示す図である。

[図4]両面同時研磨装置の構成を示す正面図である。

[図5]加工孔にウェーハを配置したキャリヤが下定盤上に配置された状態を示す平面図である。

[図6]キャリアが下定盤と上定盤との間に挟まれた状態を示す縦断面図である。

[図7]従来のシリコンウェーハの製造方法を示す工程図である。

[図8]エッチングにより中央部に比べてエッジ部の厚さが薄くなったウェーハをステッパチャックに保持したときのウェーハ断面図である。

【図9】エッチングにより中央部に比べてエッジ部の厚さが厚くなったウェーハをステップパチャックに保持したときのウェーハ断面図である。

符号の説明

- [0030] 14 エッチング工程
- 16 両面同時研磨工程

請求の範囲

[1] 複数のエッチング槽に酸エッチング液とアルカリエッチング液をそれぞれ貯え、ラッピング工程を経て加工変質層を有するシリコンウェーハを酸エッチング液とアルカリエッチング液とに順次浸漬して加工変質層を除去するエッチング工程(14)と、前記エッチング工程の後に、前記ウェーハの表裏面を同時に研磨する両面同時研磨工程(16)と
を含むシリコンウェーハの製造方法において、
前記エッチング工程(14)のアルカリエッチング液に40～60重量%水酸化ナトリウム水溶液を用い、
前記両面同時研磨工程(16)で前記ウェーハの表面における研磨代Aを5～10 μ mとし、前記裏面における研磨代Bを2～6 μ mとし、前記研磨代Aと前記研磨代Bとの差(A-B)を3～4 μ mとする
ことを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。

[2] エッチング工程(14)が酸エッチングの後にアルカリエッチングが行われる請求項1記載の製造方法。

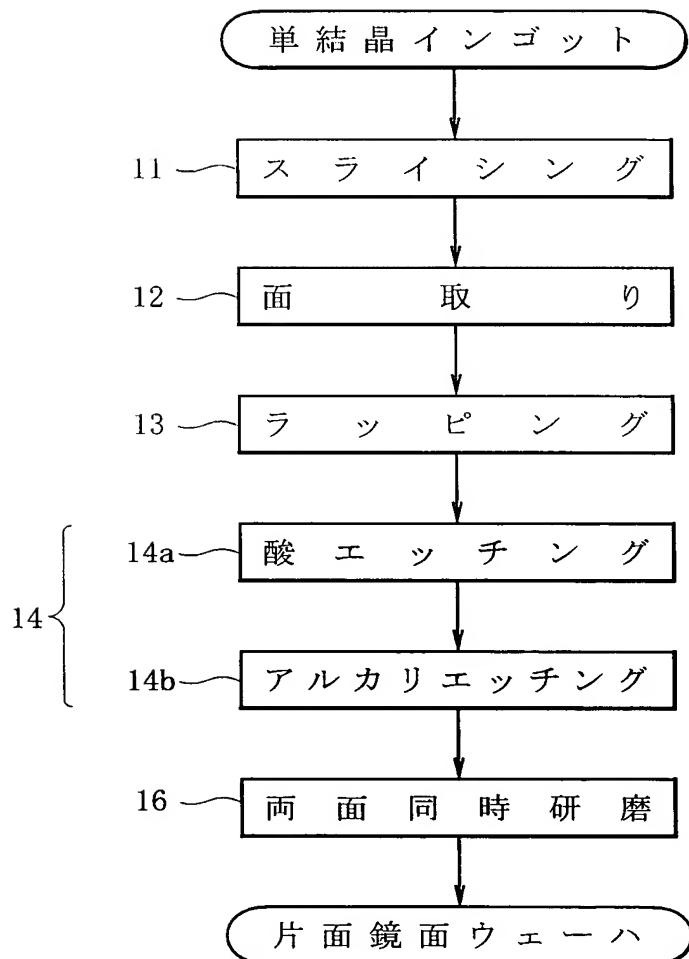
[3] 酸エッチング槽の数を1～3槽とし、アルカリエッチング槽の数を1～3槽とする請求項1記載の製造方法。

[4] 酸エッチング液がフッ酸、硝酸、酢酸及び水をそれぞれ含む請求項1記載の製造方法。

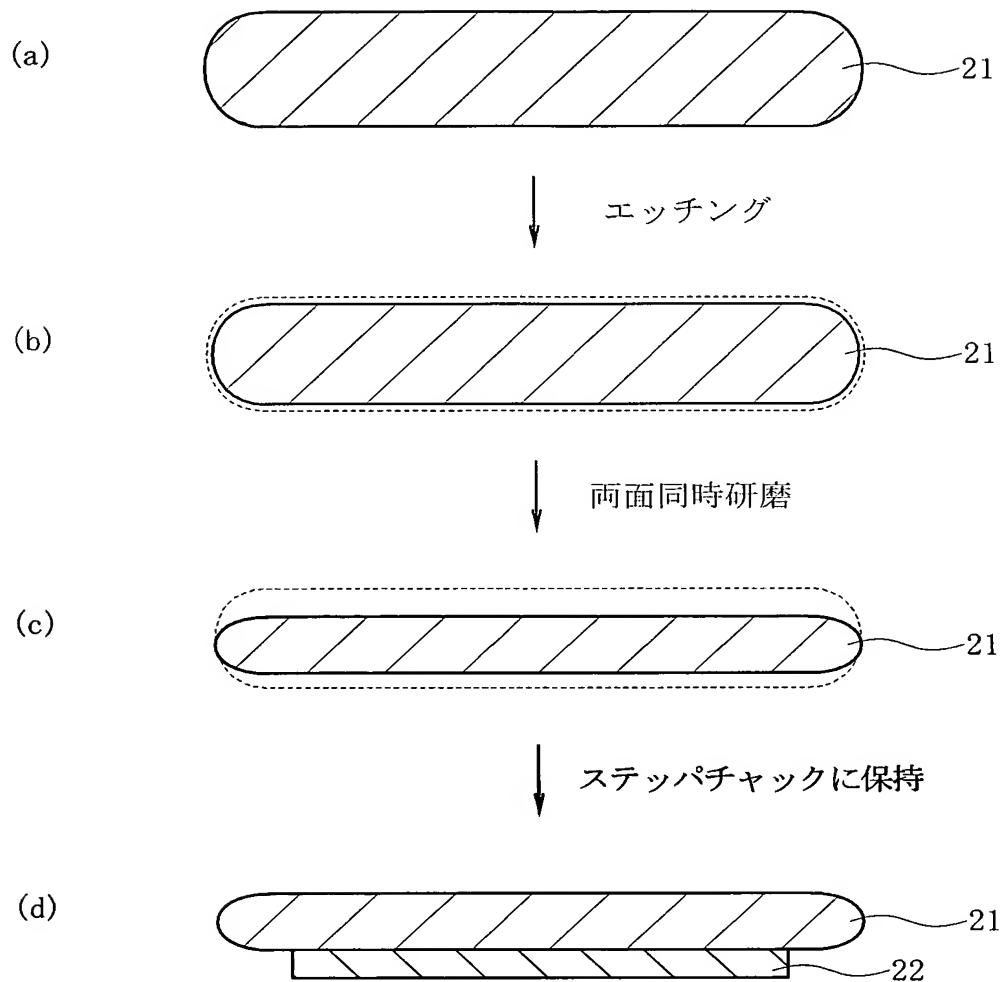
[5] シリコンウェーハの抵抗値が1 $\Omega \cdot \text{cm}$ 未満であるとき、フッ酸、硝酸、酢酸及び水の混合割合が重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水 = 1:1～5:3～8:3～7である請求項4記載の製造方法。

[6] シリコンウェーハの抵抗値が1 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上であるとき、フッ酸、硝酸、酢酸及び水の混合割合が重量比でフッ酸:硝酸:酢酸:水 = 1:5～9:1～6:1～5である請求項4記載の製造方法。

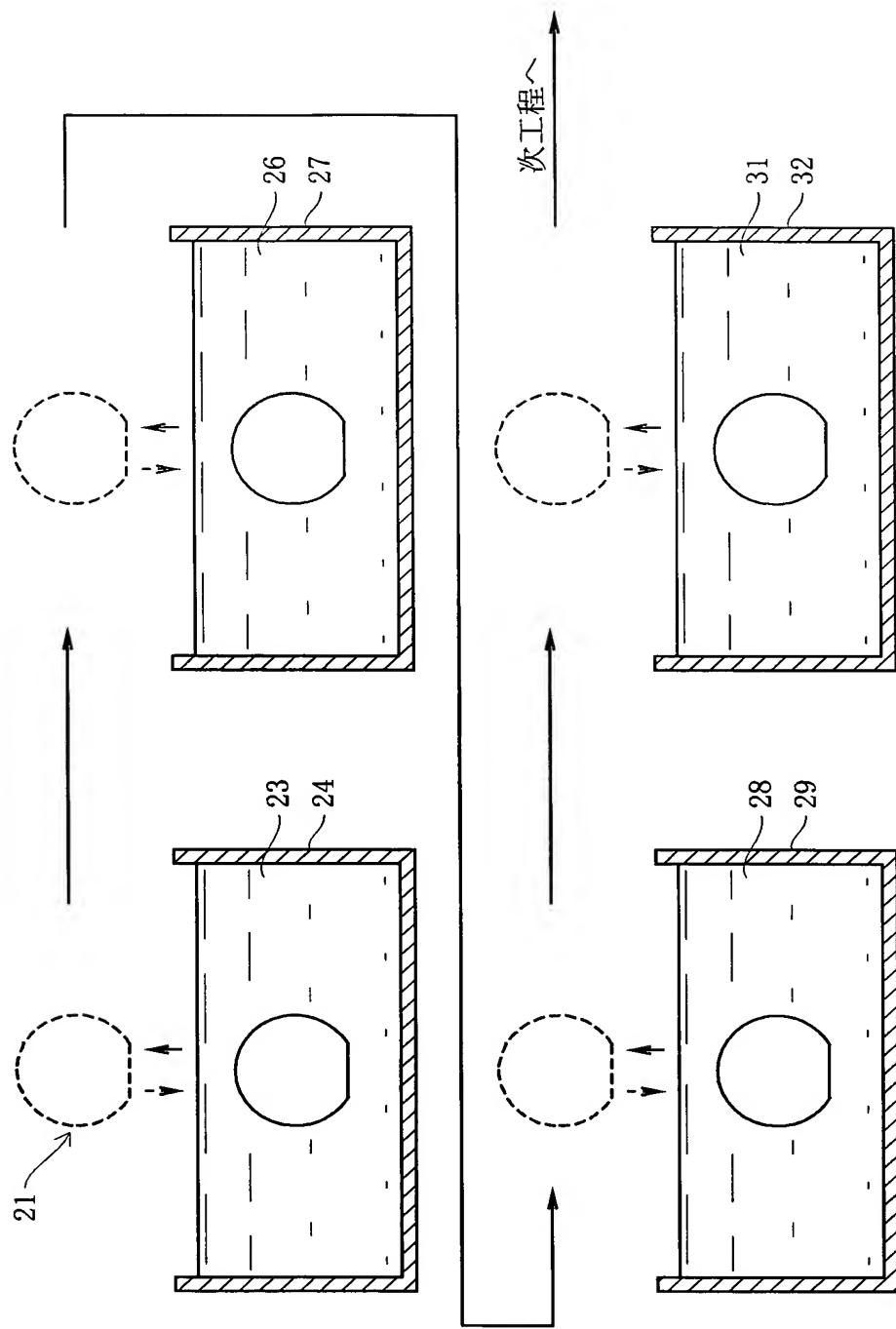
[図1]



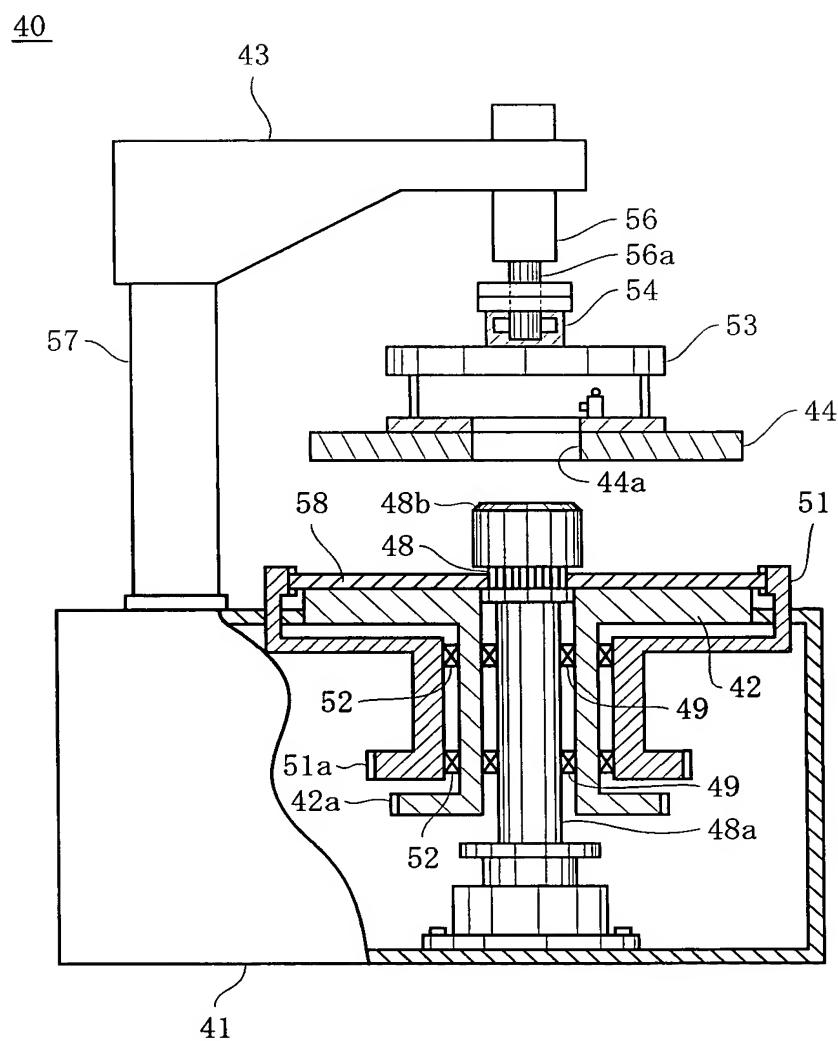
[図2]



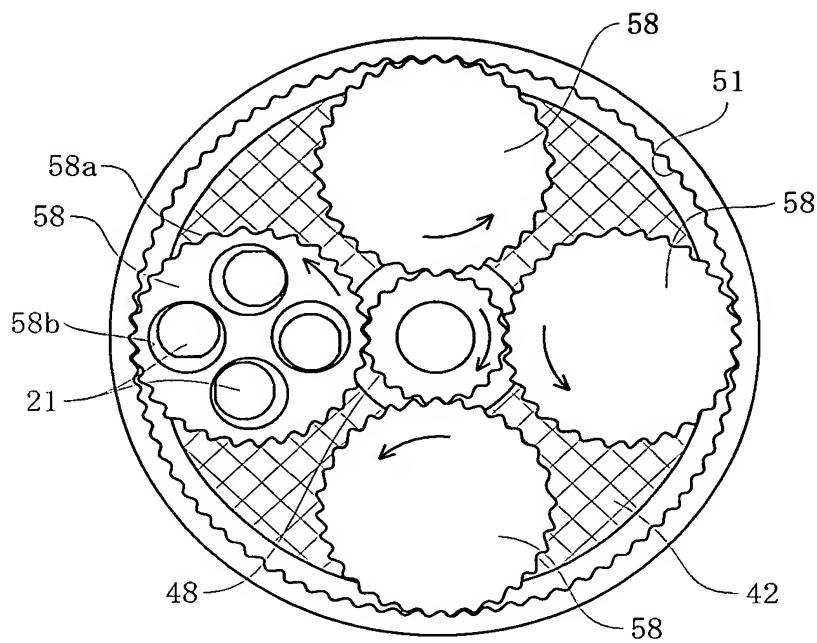
[図3]



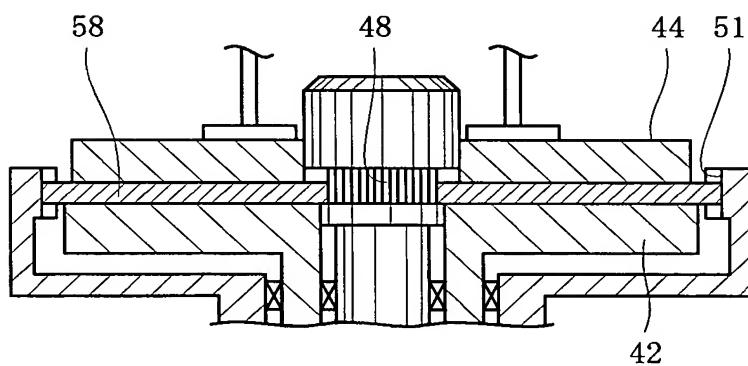
[図4]



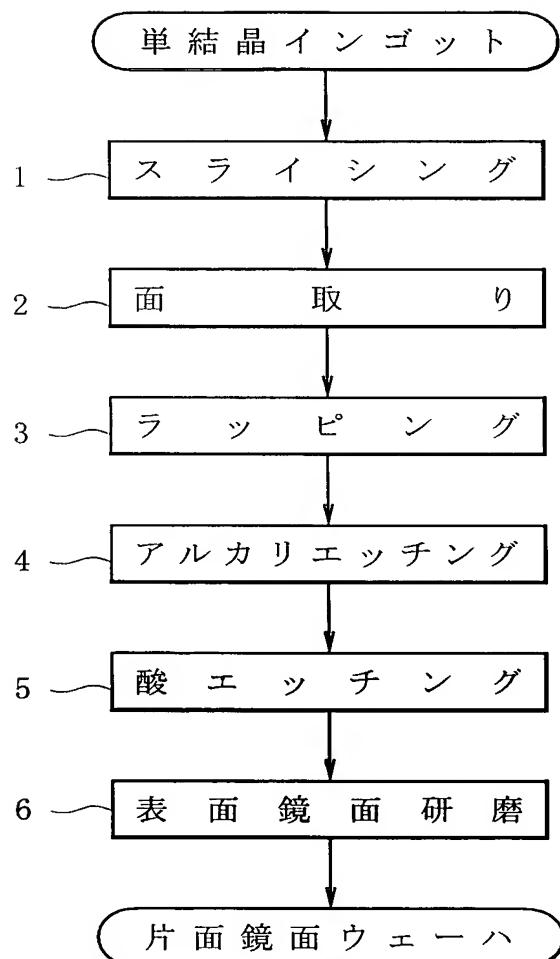
[図5]



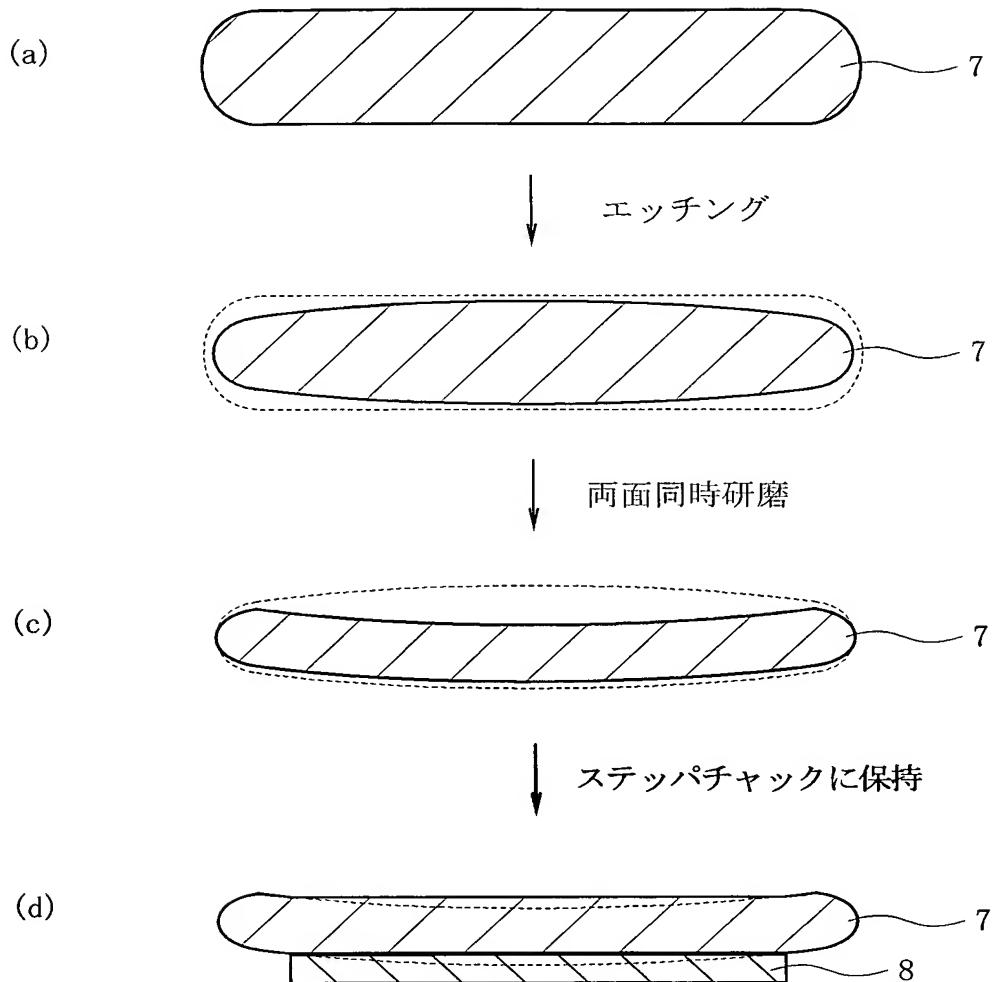
[図6]

40

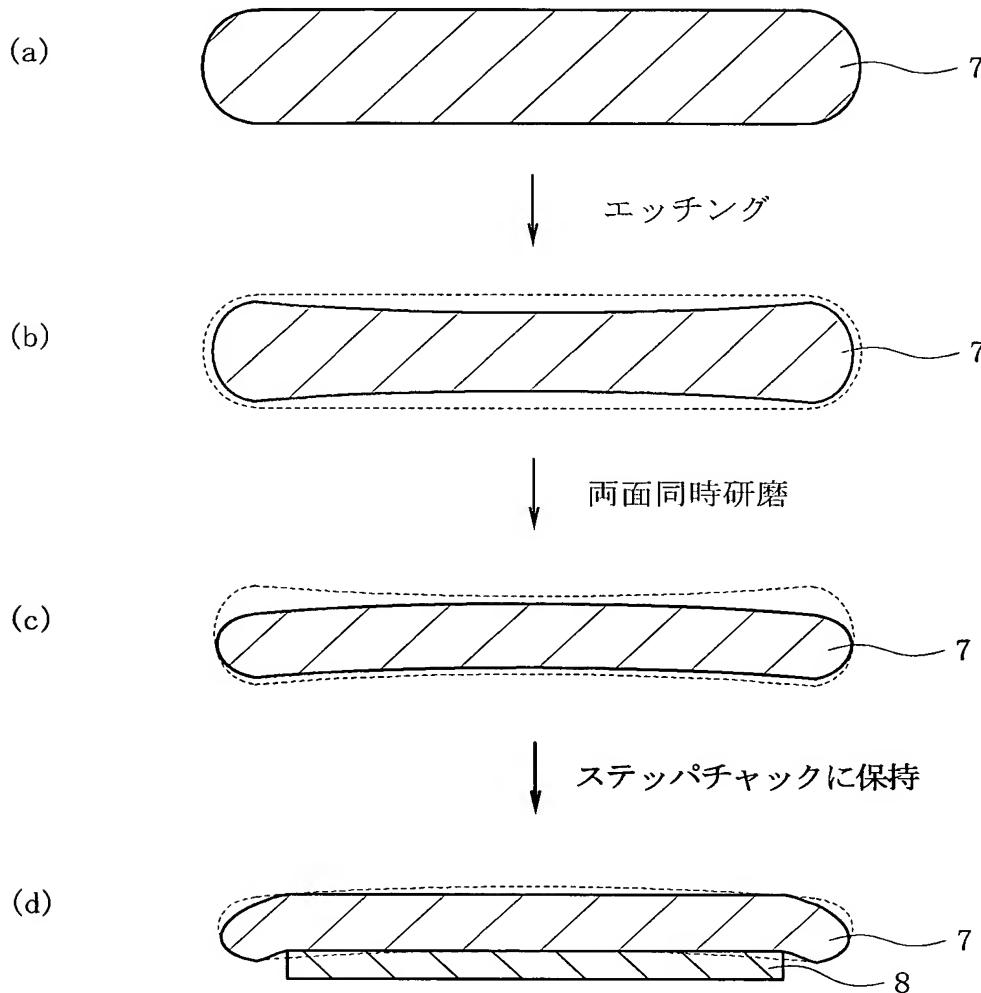
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International application No.
 PCT/JP2004/016001

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 Int.Cl⁷ H01L21/304, H01L21/308, H01L21/304

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 Int.Cl⁷ H01L21/304, H01L21/308, H01L21/304

 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| Y | JP 2003-203890 A (Sumitomo Mitsubishi Silicon Corp.), 18 July, 2003 (18.07.03), Full text; all drawings (Family: none) | 1-6 |
| Y | JP 11-171693 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 29 June, 1999 (29.06.99), Claim 1 & US 6099748 A | 1-6 |
| Y | JP 60-197367 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 05 October, 1985 (05.10.85), Full text; all drawings (Family: none) | 1-6 |

 Further documents are listed in the continuation of Box C.

 See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

 Date of the actual completion of the international search
 27 January, 2005 (27.01.05)

 Date of mailing of the international search report
 15 February, 2005 (15.02.05)

 Name and mailing address of the ISA/
 Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

| |
|--|
| International application No. PCT/JP2004/016001 |
|--|

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| Y | JP 2003-100701 A (Sumitomo Mitsubishi Silicon Corp.), 04 April, 2003 (04.04.03), Full text; all drawings (Family: none) | 1-6 |
| Y | JP 07-45564 A (Mitsubishi Material Silicon Kabushiki Kaisha), 14 February, 1995 (14.02.95) Full text; all drawings (Family: none) | 5, 6 |
| A | JP 2001-223187 A (Mitsubishi Material Silicon Kabushiki Kaisha), 17 August, 2001 (17.08.01), Full text; all drawings (Family: none) | 1-6 |

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl' H01L21/304, H01L21/308, H01L21/304

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl' H01L21/304, H01L21/308, H01L21/304

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

| | |
|-------------|------------|
| 日本国実用新案公報 | 1922-1996年 |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2005年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2005年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2005年 |

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| Y | JP 2003-203890 A(三菱住友シリコン株式会社)2003.07.18, 全文, 全図 (ファミリーなし) | 1-6 |
| Y | JP 11-171693 A(信越半導体株式会社)1999.06.29, 【請求項1】 & US 6099748 A | 1-6 |
| Y | JP 60-197367 A(東芝セラミックス株式会社)1985.10.05, 全文, 全 図 (ファミリーなし) | 1-6 |

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
もの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日
以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する
文献(理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論
の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明
の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以
上の文献との、当業者にとって自明である組合せに
よって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

27.01.2005

国際調査報告の発送日

15.2.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官(権限のある職員)

菅野 智子

4R 9545

電話番号 03-3581-1101 内線 3469

| C (続き) 関連すると認められる文献 | | 関連する 請求の範囲の番号 |
|---------------------|--|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | |
| Y | JP 2003-100701 A(三菱住友シリコン株式会社)2003. 04. 04, 全文, 全図 (ファミリーなし) | 1-6 |
| Y | JP 07-45564 A(三菱マテリアルシリコン株式会社)1995. 02. 14, 全 文, 全図 (ファミリーなし) | 5, 6 |
| A | JP 2001-223187 A(三菱マテリアルシリコン株式会社)2001. 08. 17, 全文, 全図 (ファミリーなし) | 1-6 |